PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-030005

(43) Date of publication of application: 02.02.1996

(51)Int.CI.

G03G 5/14 5/043 G03G

(21)Application number: 06-165587

(71)Applicant: RICOH CO LTD

(22)Date of filing:

18.07.1994

(72)Inventor: HORIUCHI HARUHIRO

AKEYOSHI HIDEKI

(54) ELECTROPHOTOGRAPHIC PHOTORECEPTOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an electrophotographic photoreceptor which is a photoreceptor stable even in the photosensitive characteristics of the electrophotographic photoreceptor and enables reuse of its conductive base body by relatively easily removing a photosensitive layer from the conductive base body without damaging the base body surface at the time of regenerating the conductive base body.

CONSTITUTION: This electrophotographic photoreceptor is constituted by successively laminating a release layer, an undercoating layer and an electrophotographic photosensitive layer on the conductive base body. An expanding agent is incorporated into the release layer and the decomposition temp. of the expanding agent included in the release layer is higher than the drying temp. of the undercoating layer and the electrophotographic photosensitive layer. The undercoating layer of the electrophotographic photoreceptor is a curing type resin having a three-dimensional networks structure consisting of at least one kinds among polyurethane, melamine resins, phenolic resins and alkyl-melamine resins.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

		*,	

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-30005

(43)公開日 平成8年(1996)2月2日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

 \mathbf{F} I

技術表示箇所

G 0 3 G 5/14 5/043

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平6-165587

```

(71)出願人 000006747

株式会社リコー

(22)出願日 平成6年(1994)7月18日

東京都大田区中馬込1丁目3番6号

(72)発明者 堀内 晴宏

東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式

会社リコー内

(72)発明者 明吉 秀樹

東京都大田区中馬込1丁目3番6号 株式

会社リコー内

# (54) 【発明の名称】 電子写真感光体

#### (57)【要約】

【目的】 本発明は、電子写真感光体の感光特性においても安定した感光体であるとともに、導電性基体の再生処理時、基体表面を傷つけることもなく、比較的容易に導電性基体より感光層を取り去り、基体の再利用が可能な電子写真感光体を提供するものである。

【構成】 本発明は、導電性基体上に、剥離層、下引 周、電子写真感光層とを順に積層してなることを特徴と する電子写真感光体である。また、剥離層に発泡剤を含 有させると共に、剥離層に含有される発泡剤の分解温度 が、下引層および電子写真感光層の乾燥温度より高いことを特徴とする電子写真感光体である。さらに、上述の電子写真感光体の下引層が、ポリウレタン、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッドーメラミン樹脂の少なくとも一種からなる3次元網日構造を有する硬化型樹脂であることを特徴とする電子写真感光体である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性基体上に、剥離層、下引層、電子 写真感光層とを順に積層してなることを特徴とする電子 写真感光体。

【請求項2】 剥離層に発泡剤を含有することを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体。

【請求項3】 剥離層に含有される発泡剤の分解温度が、下引層および電子写真感光層の乾燥温度より高いことを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体。

【請求項4】 下引層がポリウレタン、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッドーメラミン樹脂の少なくとも一種からなる3次元網目構造を有する硬化型樹脂であることを特徴とする請求項1記載の電子写真感光体。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用分野】本発明は、基体表面から電子写真 感光層を剥離することで、電子写真感光体の基体を再利 用することが可能な電子写真感光体に関するものであ る。

## [0002]

【従来の技術】近年、地球環境の保護を目的として、廃 棄物削減の目的で製品を回収して再生使用するリサイク ルシステムが市場で稼働しはじめている。例えば、電子 写真複写機の場合はアルミニウム管等を基板とする感光 体を回収し、電子写真感光層を感光体の基板であるアル ミニウム管より脱離せしめ、多量の電力によって精錬す ることで得られた高純度のアルミニウムを回収してい る。アルミニウム管基体の再生に限らず、他の導電性基 体の再生も環境保護および経済的な観点より有意義なも のである。一般に、電子写真感光体は導電性基体と感光 層の間に、基体と感光層の接着性改良、感光層の塗工性 向上もしくは基体から感光層への電荷注入性改良による 感光特性の改善を目的とし、樹脂を主体とする下引層を 設けているのが通常である。 下引層は、その層の上に 感光層を溶媒を含む層形成液の塗布によって得るもの で、下引層の形成樹脂は一般の有機溶剤に対して高い耐 溶剤性を持つ必要がある。そのため、ポリウレタン、メ ラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッドーメラミン樹 脂、エポキシ樹脂等の3次元網目構造を有する硬化型樹 脂が使用される。このような硬化型樹脂からなる下引層 を備える電子写真感光体からの導電性基体の再生として は、導電性基体より下引層を機械的に取り去る方法があ るが、再生使用が可能となるように、導電性基体の表面 を傷つけることなしに下引層のみを取り去ることは、事 実上不可能なことである。また、特開平6-43663 号公報に見られるように、基体表面にポリアミド樹脂を 含有する下引層を設けた感光体の再生方法が提案されて おり、該方法の場合、感光体を水中に浸漬するか、高湿 度雰囲気中で加湿した後、基体表面より感光層を下引層 と共に取り去るというもので、方法自体は簡単なもので

ある。しかしながら、該方法を適用した場合、吸湿性のあるポリアミド樹脂を使用するものであることから、高湿度下における静電特性に問題があり、得られる画質が満足なものとはならない。また、基板より感光層を備える下引層を剥ぎ取る操作が容易でなく、基板より下引層を完璧に剥ぎ取るために多大な時間を要すこととなり、操作性の点でも問題が残る。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、電子写真感 光体の感光特性においても安定した感光体であるととも に、導電性基体の再生処理時、基体表面を傷つけること もなく、比較的容易に導電性基体より感光層を取り去 り、基体の再利用が可能な電子写真感光体を提供するも のである。

#### [0004]

【課題を解決するための手段】本発明は、導電性基体上に、剥離層、下引層、電子写真感光層とを順に積層してなることを特徴とする電子写真感光体である。また、剥離層に発泡剤を含有させると共に、剥離層に含有される発泡剤の分解温度が、下引層および電子写真感光層の乾燥温度より高いことを特徴とする電子写真感光体である。さらに、上述の電子写真感光体の下引層が、ポリウレタン、メラミン樹脂、フェノール樹脂、アルキッドーメラミン樹脂の少なくとも一種からなる3次元網日構造を有する硬化型樹脂であることを特徴とする電子写真感光体である。

【0005】電子写真感光体は、基本的には、導電性基 体上に、光導電性物質を含む単層の感光層あるいは電荷 輸送層および電荷発生層を含む2層あるいは3層の積層 構成であり、前述したとおり、基体と感光層の接着性改 良、感光層の塗工性向上もしくは基体から感光層への電 荷注入性改良による感光特性の改善を目的とし、樹脂を 主体とする下引層を設けている。電子写真感光体の導電 性基体としは、Al、Ni、Fe、Cu、Au等の金属 あるいは合金。もしくは、ポリエステル、ポリエチレン テレフタレート、ポリカーボネート、フェノール樹脂、 ポリイミド、ガラス等の絶縁性基体上に、AI、Ag、 Au等の金属あるいはIn2O3、SnO2等の導電性材 料の薄膜を形成したものが用いられる。導電性基体と感 光層の間には、接着あるいは電荷保持の目的のために、 樹脂等の下引層を設けるが、本発明の場合、下引層の形 成前に剥離層を設ける。

【0006】電子写真感光体の感光層としては、色素増感された酸化亜鉛、セレン粉体、フタロシアニン顔料等を結着剤樹脂中に含有させた感光層か、あるいは有機光導電物質を使用するタイプとして、露光により電荷担体を発生する電荷発生層と発生した電荷担体を移動させる能力を持つ電荷輸送層を積層したものがある。本発明の電子写真感光体の詳述にあたっては、上述の積層タイプのものを例に以下、説明する

電荷を発生する顔料としては、ジスアゾ系、トリスアゾ系、アゾキシベンゼン系、ベンズイミダゾール系、多環キノン系、インジゴイド系、キナケリドン系、フタロシアニン系、ペリレン系、メチン系等が知られており、光照射により電荷を発生する顔料であればいずれも使用できる。これらの電荷発生顔料を、単独もしくは結着樹脂とともに、ボールミル、アトライター等の分散機で溶剤に分散して塗布液を調製し、次いで、該塗布液を前記導電性基体上にディッピング塗布、スプレー塗布、ナイフ塗布、ロール塗布等の適宜の方法で塗布乾燥し、膜厚0.5~2μmの電荷発生層を形成する。

【0007】一方、電荷輸送物質として、ポリーNービニルカルバゾール系化合物、ピラゾリン系化合物、αーフェニルスチルベン系化合物、トリフェニルアミン系化合物、ジビニルベンゼン系化合物、フルオレイン系化合物、ジビニルベンゼン系化合物、オキサジアゾール系化合物、アントラセン系化合物、オキサジアゾール系化合物、ジアミノカルバゾール化合物等、公知の化合物を使用することができる。これらの電荷輸送物質をポリウレタン、ポリエステル、エポキシ樹脂、ポリカーボネート、ポリビニルブチラール、ポリーNービニルカルバゾール等の樹脂とともに溶剤に溶解して塗布液を調製し、前述の電荷発生層の形成と同様な方法により、膜厚22~30μmの電荷輸送層を形成する。

【0008】 導電性基体上に設けられる剥離層に求められる用件としては、電子写真感光体としての基本性能、すなわち静電特性、出力画像に大きな影響を与えないこと。さらに、感光体として機能している時は下引層との付着力は大きいが、再利用する際、下引層が導電性基体

より剥がし易いことが求められる。該用件を満足するた めには、剥離層の接着力が外的条件によって非線形的に 変化することが望ましい。剥離層の樹脂としては、その 層上に下引層を設けるため、下引層形成液の有機溶剤に 対して対溶剤性の高い樹脂が選択される必要がある。た とえば、ポリピニルアルコール、カゼイン、ポリアクリ ル酸ナトリウムト等の水溶性樹脂、共重合ナイロン、メ トキシメチル化ナイロン等のアルコール可溶性樹脂を用 いることができる。本発明の電子写真感光体の剥離層に は、発泡剤を含有させることができ、これによって、導 電性基体より感光層をより容易に剥離することが可能と なる。具体的には、感光層を溶解その他の方法で除去し た後、導電性基体上に剥離層と下引層を残した状態で、 発泡剤を含有する剥離層を一定の温度で加熱して発泡剤 を発泡させる。該発泡処理によって、下引層に亀裂を生 じせしめ、次いで、剥離層形成樹脂を溶解する溶液に剥 離層、下引層を備える導電性基体を浸漬した状態で、超 音波または振動処理によって剥離層および下引層を基体 より分離する。発泡剤としては、化学的な分解によって 気体がが発生する化学発泡剤が好ましく、例えば、アゾ ビスカルボンアミド (ABFA)、アゾビスイソブチル ニトリル (AZDN)、N, N'ージメチルーN, N' ジニトロソペンタメチレンテトラミン (DPT)、4, 4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド) (OBSH) などが挙げられる。これらの化学発泡剤は

以下の表1に見られるような特性を有するものである。

[0009]

【表1】

| 物質名  | 空気中の<br>分解温度 | プラスチック 中の分解温度 | ガス発生量<br>(m l / g) |
|------|--------------|---------------|--------------------|
| ABFA | 195~200      | 160~200       | 220                |
| AZDN | 115          | 90~115        | 130                |
| DPT  | 195          | 130~190       | 265                |
| овѕн | 150          | 120~140       | 125                |

前記剥離局上には下引層が設けられ、下引層の膜厚としては0.01から10µmの範囲が好ましく、下引層に 川いられる樹脂としては、その上に感光層を溶媒で塗布 する事を考慮して、一般の有機溶媒に対しては耐溶剤性 の高い樹脂でなければならない。例えば、ポリビニルア ルコール、カゼイン、ポリアクリル酸ナトリウム等の水 溶性樹脂、共重合ナイロン、メトキシメチル化ナイロン 等のアルコール可溶性樹脂、ポリウレタン、メラミン樹 脂フェノール樹脂、アルキッド・メラミン樹脂、エホキ シ樹脂等、3次元網目構造を形成する硬化型樹脂等が挙 げられる。

【0010】下引層には、モアレ防止残留電位の低減等の目的で、酸化チタン、シリカ、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化錫、酸化インジウム等の微粉末顔料を用いることができる。以下、本発明の実施例を挙げ、本発明を具体的に説明する。

[0011]

【実施例】

#### 実施例1

アルコール可溶性ポリアミド樹脂(ナイロン 東レ社製) 10 重量部を 140 重量部のメチルアルコールに加熱溶解した後、ブタノール 100 重量部と発泡剤 ABF A0.5 重量部を加え剥離層形成液を調製した。該形成液を円筒状アルミニウム基体上に塗布し、110 で、5 分間の条件にて乾燥せしめ厚さ0.8  $\mu$  mの剥離層を形成した。さらに、アルキッド樹脂(ベッコゾール 130 7 -60 一 EL 大日本インキ化学工業社製) 30 重量部、メラミン樹脂(スーパーベッカミンG -821 -6 0 大日本インキ化学工業社製) 20 重量部に、酸化チ

タン粉末(タンベークCREL 石原産業社製)90重 最部を加え、さらににメチルエチルケトン150重量部 を加えボールミルで24時間分散し下引層塗布液を作成 した。該塗布液を円筒状アルミニウム基板上の剥離層の 上に塗布し、130 $^{\circ}$ 、20分間の条件で乾燥し厚さ4  $\mu$  mの下引層とした。

【0012】次いで、ポリビニルブチラール樹脂(エスレックBL-S 積水化学工業社製)14重量部をシクロヘキサノン150重量部に溶解し、これに下記構造式

# 【化1】構造式1

に示すトリスアグ顔料を10重量部を加えボールミルに て 48時間分散し、さらにシクロへキサノン 210重量 部を加え 3時間分散を行った。ついで該分散液を容器に 取り出してシクロへキサノンで希釈した。こうして得られた電荷発生層用塗布液を前記下引層上に塗布後、130  $\mathbb{C}$  、20 分間の条件で乾燥し約 $0.2\mu$  mの電荷発生層を形成した。上述のごとく得られた電荷発生層上に、 さらに以下の要領にて電荷輸送層を形成した。ポリカーボネート樹脂(パンライトK 1300 帝人化成社製) 10 重量部、シリコンオイル(KF-50 信越化学工業社製)0.002 重量部を塩化メチレン 83 重量部に 溶解し、これに下記構造式 2

## 【化2】構造式2

$$CH = CH - CH_3$$

記電荷発生層上に塗布し、130  $\mathbb C$ 、20 分間の条件で 乾燥後、約20  $\mu$  mの電荷輸送層を形成することで本発 明の電子写真感光体を作成した。得られた電子写真感光体をCテックエレクトロニクス社製のCI-4レーザー プリンターに搭載して、23  $\mathbb C$  で 55  $\mathbb S$   $\mathbb S$  R H、10  $\mathbb S$  で 15  $\mathbb S$  R H、30  $\mathbb S$   $\mathbb S$   $\mathbb S$   $\mathbb S$  R H の各環境下で画像を出したところ良好な画像を得ることができた。また、連続的に  $\mathbb S$  7、00  $\mathbb S$  0  $\mathbb S$   $\mathbb S$  0  $\mathbb S$   $\mathbb S$   $\mathbb S$  0  $\mathbb S$   $\mathbb$ 

【0013】試験済みの感光体を取り出して、塩化メチ

レン液に浸漬することで、感光層を溶解除去し、さらに、感光層が除去され剥離層および下引層を持つ導電性基体を170℃に加熱したところ、下引層に無数の亀裂を生じた。これをメタノール液に浸漬し、超音波で振動させながら剥離層を溶解し下引層および剥離層を除去した。上述の処理によって得られた導電性基体は、十分に再使用に耐える品質を維持していた。

#### 【0014】比較例1

実施例1の剥離層を除いた以外は、実施例1と同様に電子写真感光体を作製した。得られた電子写真感光体をCテックエレクトロニクス社製のCI-4レーザープリンターに搭載して、23℃で55%RH、10℃で15%RH、30℃で90%RHの各環境下で画像を出したところ、良好な画像を得ることができた。さらに、試験済みの感光体を取り出して、塩化メチレン液に浸漬することで感光層を溶解除去した後、感光層が除去され下引層を持つ導電性基体を等の有機溶剤に浸漬し、下引層の除去を試みたが除去することはできなかった。そこで、サンドブラストで下引層を機械的に除去したところ、導電性基体上にはスクラッチ傷が発生し再使用には供することができないものとなった。

# 【0015】比較例2

実施例1の下引層の代わりに、実施例1の剥離層形成液から発泡剤を除いた処方にて厚さ3μmの下引層を形成し、実施例1に使用される剥離層を除いた以外は、実施例1と同様に電子写真感光体を作製した。得られた電子写真感光体をCテックエレクトロニクス社製のCI-4レーザープリンターに搭載して、23℃で55%RH、

April 1820

10℃で15%RH、30℃で90%RHの各環境下で 画像を出したところ、30℃で90%RHの環境下で画 像ボケが発生し、対環境性の点で満足される感光体では なかった。ただし、試験済みの感光体を取り出して、塩 化メチレン被に浸漬することで、感光層を溶解除去し、 さらに、これをメタノール液に浸漬し、超音波で振動さ せながら下引層を溶解し除去したところ、導電性基体 は、十分に再使用に耐える品質を維持していた。

#### 【0016】実施例2

実施例1の剥離層から発泡剤を除いた以外は、実施例1と同様に電子写真感光体を作製した。得られた電子写真感光体を作製した。得られた電子写真感光体をCテックエレクトロニクス社製のCI-4レーザープリンターに搭載して、23Cで55%RH、10℃で15%RH、30℃で90%RHの各環境下で画像を出したところ、良好な画像を得ることができた。また、連続的に7,000枚の画像を出したところ、得られた画像の画質劣化は認められなかった。さらに、試験済みの感光体を取り出して、塩化メチレン液に浸漬することで、感光層を溶解除去し、さらに、感光層が除去され剥離層および下引層を持つ導電性基体をメタノール液に浸漬し、超音波で振動させながら剥離層を溶解し下引層および剥離層を除去した。この時、メタノール液の剥離

離層への浸透が緩慢で、そうの剥離には多少の時間を要したが、得られた導電性基体は、十分に再使用に耐える品質を維持していた。

【0017】実施例1及び比較用感光体について、電子 写真感光体の静電特性を測定装置(SP-428 川口 電器製作所製)を用いダイナミック方式にて測定した。 測定要領は、まず、印加電圧-6KVで20秒間暗減 衰、さらに表面照度 6 luxになるように 3 0 秒間露光 した。帯電電位は帯電2秒後の表面電位V2を、感度は 露光後、表面電位が一800Vから一80Vに到るのに 要する露光量E1/10 (lux・sec)を、残留電 位は露光30秒後の表面電位V30を測定した。その 後、色温度2856Kのタングステン光5luxの光照 射、一6KV印加時の帯電繰返し疲労を3時間行った 後、再び前述の要領と同じく、V2、E1/10、V3 0を測定した。測定結果を表2に示す。表2の結果よ り、実施例1の感光体の静電特性は、比較例1の感光体 より少し劣るが、比較例2の感光体より優れた静電特性 をもっていることが確認された。

【0018】 【表2】

|                    | 初 期        |             |                    | 疲労後        |             |                    |
|--------------------|------------|-------------|--------------------|------------|-------------|--------------------|
| 測定環境<br>10/°C15%RH | V2<br>(-V) | V30<br>(-V) | E1/10<br>(LUX SEC) | V2<br>(-V) | V30<br>(-V) | E1/10<br>(LUX SEC) |
| 実施例1               | 830        | 8           | 1, 24              | 760        | 25          | 1.26               |
| 比較例1               | 820        | 8           | 1. 26              | 792        | 13          | 1.25               |
| 比較例2               | 780        | 7           | 1. 23              | 706        | 50          | 1.85               |

【0019】上述の実施例および比較例における、導電性基体上の各層の除去状況を一覧表で示すと表3のとおりであり、表2および表3から総合的に判断すれば実施例1がもっとも優れていることになる。

#### 【表3】

| 実施例1 | ◎ 最良 |
|------|------|
| 比較例1 | × 不良 |
| 比較例2 | ◎ 最良 |
| 実施例2 | O 良  |

【発明の効果】本発明の電子写真感光体によれば、電子写真感光体の感光特性においても安定した感光体とすることができるとともに、導電性基体の再生処理時、基体表面を傷つけることもなく、比較的容易に導電性基体より感光層を取り去り、基体の再利用を可能とするものである。

| • |   |    |   | • | •                                        |
|---|---|----|---|---|------------------------------------------|
|   |   |    |   |   | •                                        |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   | •  |   |   | Phylip (3)                               |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   | · |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   | •  |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   | 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1 |
|   |   |    |   |   | erit.                                    |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    | • | , |                                          |
|   | • |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   | ٠. |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   | :                                        |
|   |   |    |   | • |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   |                                          |
|   |   |    |   |   | ٠                                        |
|   |   |    |   |   |                                          |